

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

DERWENT-ACC-NO: 1997-038082
DERWENT-WEEK: 199704
COPYRIGHT 2001 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Peroxide-vulcanisable fluoro-rubber compsn. used in O-rings, gaskets and sealant etc. - comprises fluorine-contg. elastic copolymer of vinylidene! and ethylenic unsatd. monomer, organic peroxide, unsatd. crosslinker, bivalent metal cpd., organic onium cpd., and polar cpd.

PRIORITY-DATA: 1995JP-0103951 (April 27, 1995)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 08295776 A	November 12, 1996	N/A	007	C08L027/16

INT-CL (IPC): C08K 3/22; C08K 5/05; C08K 5/14; C08K 5/16; C08K 5/19; C08K 5/49; C08L 27/12; C08L 27/16

ABSTRACTED-PUB-NO: JP08295776A
BASIC-ABSTRACT:

A fluoro-rubber (X), comprises: (A) a fluorine-contg. elastic copolymer prepd. by copolymerising vinylidene fluoride and one or more copolymerisable ethylenic unsatd. monomers; (B) an organic peroxide; (C) a crosslinking assistant having two or more unsatd. bonds; (D) a hydroxide and/or an oxide of bivalent metal; (E) an organic onium cpd.; and (F) a polar cpd..

USE - (X) is used as O-rings, gaskets, sealing material, tubes and hoses for car pts.

ADVANTAGE - (X) is vulcanised with organic peroxides and the vulcanisate has good properties.

Full	Title	Citation	Front	Review	Classification	Date	Reference	Claims	KWIC	Draw. Desc	Image
------	-------	----------	-------	--------	----------------	------	-----------	--------	------	------------	-------

☐ 8. Document ID: EP 733085 A1, WO 9515995 A1, JP 07196878 A

L5: Entry 8 of 8

File: DWPI

Sep 25, 1996

PUB-NO: JP408295776A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 08295776 A
TITLE: FLUORORUBBER COMPOSITION

PUBN-DATE: November 12, 1996

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

MIWA, TETSUYA

NAKAMURA, JUNICHI

KANEKO, TAKEO

SAITO, MASAYUKI

INT-CL (IPC): C08L 27/16; C08K 3/22; C08K 5/05; C08K 5/14; C08K 5/16; C08K 5/19;
C08K 5/49; C08L 27/12

ABSTRACT:

PURPOSE: To provide a fluororubber composition which can be vulcanized with an organic peroxide to give stable physical properties free from variation after vulcanization by blending a fluorinated elastic copolymer with several kinds of specified compounds.

CONSTITUTION: This composition consists of a fluorinated elastic copolymer of vinylidene fluoride with at least one kind of other ethylenically unsaturated monomer copolymerizable therewith; an organic peroxide; a crosslinking aid having at least two unsaturated bonds; a divalent metal hydroxide or oxide; an organic onium compound; and a polar compound (e.g. water or methanol). The onium compound preferably comprises an organic ammonium hydrogensulfate or sulfonate represented by the formula, R1R2R3R4N.SO3R5 (wherein R1, R2 and R3 are each a 1-20C monovalent hydrocarbon group; R4 is H or a 1-20C monovalent hydrocarbon group; and R5 is hydroxyl or a 1-20C monovalent hydrocarbon group).

COPYRIGHT: (C) 1996, JPO

Full	Title	Citation	Front	Review	Classification	Date	Reference	Claims	KWIC	Draw Desc	Image
------	-------	----------	-------	--------	----------------	------	-----------	--------	------	-----------	-------

☐ 4. Document ID: JP 07196878 A

L5: Entry 4 of 8

File: JPAB

Aug 1, 1995

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-295776

(43) 公開日 平成8年(1996)11月12日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 27/16	L G G		C 0 8 L 27/16	L G G
C 0 8 K 3/22	K J G		C 0 8 K 3/22	K J G
5/05			5/05	
5/14			5/14	
5/16	K J K		5/16	K J K
審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 7 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平7-103951

(22) 出願日 平成7年(1995)4月27日

(71) 出願人 000000044

旭硝子株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

(72) 発明者 三輪 哲哉

神奈川県川崎市幸区塚越3丁目474番地2

旭硝子株式会社玉川分室内

(72) 発明者 中村 純一

神奈川県川崎市幸区塚越3丁目474番地2

旭硝子株式会社玉川分室内

(72) 発明者 金子 武夫

神奈川県川崎市幸区塚越3丁目474番地2

旭硝子株式会社玉川分室内

(74) 代理人 弁理士 泉名 謙治

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 フッ素ゴム組成物

(57) 【要約】

【構成】 含フッ素弾性共重合体、有機過酸化物、不飽和結合を2個以上有する架橋助剤、2価金属の水酸化物または酸化物、有機オニウム化合物、および極性化合物からなるフッ素ゴム組成物。

【効果】 効率的な有機過酸化物加硫が可能であり、しかも、ばらつきのない安定した加硫物性が得られる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) フッ化ビニリデンおよびこれと共重合可能な1種以上の他のエチレン性不飽和単量体との共重合体からなる含フッ素弾性共重合体、

(B) 有機過酸化物、

(C) 不飽和結合を2個以上有する架橋助剤、

(D) 2価金属の水酸化物または酸化物、

(E) 有機オニウム化合物、および

(F) 極性化合物、

からなることを特徴とするフッ素ゴム組成物。

【請求項2】 (E) 成分が、一般式 $R^1 R^2 R^3 R^4 N \cdot SO_3 R^5$ (R^1 、 R^2 および R^3 は同一または異なる炭素数1~20の置換もしくは非置換の1価の炭化水素基、 R^4 は水素原子または炭素数1~20の置換もしくは非置換の1価の炭化水素基、 R^5 は水酸基または炭素数1~20の置換もしくは非置換の1価の炭化水素基) で示される有機アンモニウム硫酸水素塩または有機アンモニウムスルホン酸塩である請求項1のフッ素ゴム組成物。

【請求項3】 (E) 成分が、一般式 $R^6 R^7 R^8 R^9 N \cdot OH$ (R^6 、 R^7 、 R^8 および R^9 は同一または異なる炭素数1~20の置換もしくは非置換の1価の炭化水素基) で示される水酸化有機アンモニウムである請求項1のフッ素ゴム組成物。

【請求項4】 (A) 成分が、フッ化ビニリデン-テトラフルオロエチレン-プロピレン系共重合体、フッ化ビニリデン-テトラフルオロエチレン-ヘキサフルオロプロピレン系共重合体、フッ化ビニリデン-ヘキサフルオロプロピレン系共重合体、フッ化ビニリデン-テトラフルオロエチレン-ペルフルオロ(メチルビニルエーテル)系共重合体およびフッ化ビニリデン-テトラフルオロエチレン-ペルフルオロ(プロピルビニルエーテル)系共重合体から選ばれる少なくとも1種である請求項1~3のいずれかのフッ素ゴム組成物。

【請求項5】 (B) 成分が、ペルオキシケタール、ジアシルペルオキシド、ジアシルペルオキシド、ペルオキシエステルおよびヒドロペルオキシドから選ばれる少なくとも1種である請求項1~4のいずれかのフッ素ゴム組成物。

【請求項6】 (C) 成分が、多アリル化合物、ジメタクリレート化合物、ジビニル化合物およびポリブタジエンから選ばれる少なくとも1種である請求項1~4のいずれかのフッ素ゴム組成物。

【請求項7】 (D) 成分が、マグネシウム、カルシウム、鉛および亜鉛から選ばれる少なくとも1種の水酸化物および/または酸化物である請求項1~6のいずれかのフッ素ゴム組成物。

【請求項8】 (E) 成分が、硫酸水素テトラブチルアンモニウム、硫酸水素テトラメチルアンモニウム、硫酸水素テトラエチルアンモニウム、硫酸水素トリオクチルメ

チルアンモニウム、硫酸水素トリドデシルメチルアンモニウム、硫酸水素トリメチルベンジルアンモニウム、水酸化テトラブチルアンモニウム、水酸化テトラメチルアンモニウム、水酸化テトラエチルアンモニウム、水酸化トリオクチルメチルアンモニウム、水酸化トリドデシルメチルアンモニウム、水酸化トリメチルベンジルアンモニウム、テトラブチルアンモニウムブロミド、テトラブチルアンモニウムクロリド、トリメチルベンジルアンモニウムブロミド、1, 8-ジアザビシクロ[5. 4.

10 0] ウンデカ-7-エンのp-トルエンスルホン酸塩、8-ベンジル-1, 8-ジアザビシクロ[5. 4. 0] ウンデカ-7-エニウムクロリド、テトラブチルホスホニウムクロリドおよびテトラブチルホスホニウムブロミドから選ばれる少なくとも1種である請求項1、4、5、6または7のフッ素ゴム組成物。

【請求項9】 (F) 成分が、水、メタノール、エタノール、プロパノール、i-プロパノール、n-ブタノール、s-ブタノール、t-ブタノール、ジメチルスルホン、ジエチルスルホン、スルホラン、アセトン、メチルエチルケトン、アセチルアセトン、酢酸メチル、酢酸エチルおよびマロン酸エチルから選ばれる少なくとも1種である請求項1~8のいずれかのフッ素ゴム組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、効率的な有機過酸化物加硫が可能なフッ素ゴム組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 フッ素ゴムを有機過酸化物で加硫する方法として、ヨウ素または臭素を含有する高価な有機過酸化物加硫用のモノマーを共重合する方法や、ポリマーをオニウム塩の存在下にアルカリ処理を行い有機過酸化物加硫を可能とする方法などが知られている。

【0003】 また、例えばトリアリルイソシアヌレート等の不飽和多官能性化合物と、例えば水酸化カルシウム等の2価金属の水酸化物、および有機塩基例えばジアザビシクロウンデセンの塩を混合することにより、安価に、しかも容易に有機過酸化物での加硫を可能とする方法(特開平1-198654)が知られている。さらに、有機アンモニウム硫酸水素塩を用いることにより、有機塩基の場合に比べ少ない使用量での有機過酸化物加硫を可能とする方法(特開平6-122801)も知られている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 前述の有機塩基を用いる方法は、有機過酸化物加硫用の特別な加硫部位を必要としない優れた発明であるが、そこで用いられる有機塩基では、有機過酸化物加硫に必要な使用量が比較的多く、そのため加硫成形物の耐熱性、耐油性に問題があった。また、有機アンモニウム硫酸水素では、分散状態が加硫物性に影響し安定した物性を得るために含フッ素弾

性共重合体への分散に充分な注意を払う必要があった。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者は、前述の問題点を解決すべく検討の結果、有機過酸化物による加硫を阻害しない極性化合物を添加することで有機オニウム化合物の含フッ素弾性共重合体への分散を改良し、ばらつきのない安定した加硫物物性が得られることを見出した。

【0006】すなわち、本発明は、(A) フッ化ビニリデン（以下、VdFと記す）およびこれと共重合可能な1種以上の他のエチレン性不飽和単量体との共重合体からなる含フッ素弾性共重合体、(B) 有機過酸化物、(C) 不飽和結合を2個以上有する架橋助剤、(D) 2価金属の水酸化物または酸化物、(E) 有機オニウム化合物、および(F) 極性化合物からなることを特徴とするフッ素ゴム組成物を提供する。

【0007】本発明において、(A) 含フッ素弾性共重合体は、VdFおよびこれと共重合可能な1種以上のエチレン性不飽和単量体との共重合体からなる。ここで、VdFと共重合可能なエチレン性不飽和単量体としては、ヘキサフルオロプロピレン（以下、HFPと記す）、ペンタフルオロプロピレン、プロピレン、トリフルオロエチレン、テトラフルオロエチレン（以下、TFEと記す）、クロロトリフルオロエチレン、エチレン、フッ化ビニルなどのオレフィンやフルオロオレフィン、またはペルフルオロ（メチルビニルエーテル）、ペルフルオロ（プロピルビニルエーテル）、ペルフルオロ（ヘキシルビニルエーテル）などのペルフルオロ（アルキルビニルエーテル）などが例示される。

【0008】これらのうちVdF-TFE-プロピレン系共重合体、VdF-TFE-HFP系共重合体、VdF-HFP系共重合体、VdF-TFE-ペルフルオロ（メチルビニルエーテル）系共重合体、VdF-TFE-ペルフルオロ（プロピルビニルエーテル）系共重合体が好ましく採用される。

【0009】ここで、VdFの共重合割合は、所望の物性、共重合するエチレン性不飽和単量体の種類などにより適宜採用される。通常は、VdFの重合単位を0.1モル%以上の割合で含むものが採用される。

【0010】特に、VdF-TFE-プロピレン系共重合体を用いた場合に耐エンジンオイル性に優れた加硫フッ素ゴムが得られるため好ましい。なかでも、VdFによる重合単位を0.5~60モル%、TFEによる重合単位を20~60モル%、プロピレンによる重合単位を20~50モル%の割合で含むVdF-TFE-プロピレン系共重合体が加硫フッ素ゴムの耐エンジンオイル性、加硫特性、加硫物性にバランスよく優れるため好ましい。

【0011】また、本発明の組成物における(A) 含フッ素弾性共重合体は、通常、有機過酸化物加硫用に行わ

れる易加硫部位が導入されていなくとも、良好な加硫特性が得られ、良好な物性を有する加硫物が得られる。ここで、易加硫部位としては、ポリマー鎖中に導入した臭素、ヨウ素および、二重結合などをいう。この易加硫部位は、易加硫性部位を与える単量体（例えば、ヨウ素化合物、臭素化合物など）を共重合する、または、易加硫性部位を与える後処理（加熱処理、オニウム塩存在下にアルカリ処理など）を行うことにより導入され得る。

【0012】また、(A) 含フッ素弾性共重合体は、所定量の単量体を塊状重合、懸濁重合、乳化重合、溶液重合など各種重合法により重合して製造され、その製造にはラジカル開始剤を使用する触媒重合法、電離性放射重合法、レドックス系重合法などが適宜採用され得る。

【0013】(B) 有機過酸化物は加硫剤として用いられる。ペルオキシケタール、ジアルキルペルオキシド、ジアシルペルオキシド、ペルオキシエステル、ヒドロペルオキシドなどが採用される。具体的には、ベンゾイルペルオキシド、ジクミルペルオキシド、ジ-*t*-ブチルペルオキシド、2,5-ジメチル-2,5-ジ(*t*-ブチルペルオキシ)ヘキサン、2,5-ジメチル-2,5-ジ(*t*-ブチルペルオキシ)ヘキシン-3, α , α' -ビス(*t*-ブチルペルオキシ)-*p*-ジイソプロピルベンゼン、1,1-ビス(*t*-ブチルペルオキシ)-3,3,5-トリメチルシクロヘキサンなどが挙げられる。これらのうち、 α , α' -ビス(*t*-ブチルペルオキシ)-*p*-ジイソプロピルベンゼン、2,5-ジメチル-2,5-ジ(*t*-ブチルペルオキシ)ヘキサンが好ましい。これら有機過酸化物は、含フッ素弾性共重合体100重量部当たり0.5~10重量部、好ましくは1~5重量部用いられる。

【0014】(C) 架橋助剤としては、不飽和結合を2個以上有する化合物、例えば、多アリル化合物、ジメタクリレート化合物、ジビニル化合物、ポリブタジエンなどが用いられる。なかでもトリアリルイソシアヌレート、トリアリルシアヌレートが好ましい。これら架橋助剤は含フッ素弾性共重合体100重量部当たり0.5~20重量部、好ましくは1~10重量部用いられる。

【0015】(D) 2価金属の水酸化物または酸化物は受酸剤として用いられ、マグネシウム、カルシウム、鉛、亜鉛などの水酸化物または酸化物が挙げられる。これら2価金属の水酸化物または酸化物は、含フッ素弾性共重合体100重量部当たり1~20重量部、好ましくは2~10重量部用いられる。

【0016】(E) 有機オニウム化合物は、加硫時に含フッ素弾性共重合体からの脱フッ化水素を促進させ、加硫を円滑に行わしめるものである。

【0017】有機オニウム化合物は、一般式 $R^1 R^2 R^3 R^4 N^+ SO_3^-$ (R^1 , R^2 および R^3 は同一または異なる炭素数1~20の置換もしくは非置換の1価の炭化水素基、 R^4 は水素原子または炭素数1~20の

置換もしくは非置換の1価の炭化水素基、 R^6 は水酸基または炭素数1~20の置換もしくは非置換の1価の炭化水素基)で示される有機アンモニウム硫酸水素塩または有機アンモニウムスルホン酸塩、または、一般式 $R^6 R^7 R^8 N \cdot OH$ (R^6 、 R^7 、 R^8 および R^9 は同一または異なる炭素数1~20の置換もしくは非置換の1価の炭化水素基)で示される水酸化有機アンモニウムが好ましく用いられる。

【0018】有機オニウム化合物として具体的には、硫酸水素テトラブチルアンモニウム、硫酸水素テトラメチルアンモニウム、硫酸水素テトラエチルアンモニウム、硫酸水素トリオクチルメチルアンモニウム、硫酸水素トリドデシルメチルアンモニウム、硫酸水素トリメチルベンジルアンモニウム、水酸化テトラブチルアンモニウム、水酸化テトラメチルアンモニウム、水酸化テトラエチルアンモニウム、水酸化トリオクチルメチルアンモニウム、水酸化トリドデシルメチルアンモニウム、水酸化トリメチルベンジルアンモニウムが好ましく採用される。

【0019】この他に、テトラブチルアンモニウムブロミド、テトラブチルアンモニウムクロリド、トリメチルベンジルアンモニウムブロミド、1, 8-ジアザビシクロ[5. 4. 0]ウンデカー-7-エンのp-トルエンスルホン酸塩、8-ベンジル-1, 8-ジアザビシクロ[5. 4. 0]ウンデカー-7-エニウムクロリド、テトラブチルホスホニウムクロリド、テトラブチルホスホニウムブロミド等も採用される。

【0020】これら有機オニウム化合物は、含フッ素弾性共重合体100重量部に対して通常0. 05~5重量部、好ましくは0. 1~3重量部用いられる。有機オニウム化合物が余りに少量では十分な加硫密度および加硫物性が得られず、また余りに多量ではスコッチ現象等の成形加工性に悪影響を及ぼすとともに耐薬品性等の加硫物の特性を低下させる。

【0021】本発明において、(F)極性化合物が配合されていることが重要である。(F)極性化合物が配合されていることにより、少量の有機オニウム化合物の含フッ素弾性共重合体中への分散状態が良好となり、ばらつきのない加硫物性の加硫ゴムが得られる。

【0022】(F)極性化合物としては、水、メタノール、エタノール、プロパノール、i-プロパノール、n-ブタノール、s-ブタノール、t-ブタノール等のアルコール類、ジメチルスルホン、ジエチルスルホン、スルホラン等のスルホン化合物、アセトン、メチルエチルケトン、アセチルアセトン等のケトン類、酢酸メチル、酢酸エチル、マロン酸エチル等のエステル類が採用される。

【0023】これら極性化合物は、含フッ素弾性共重合体100重量部に対して通常0. 05重量部~10重量部、好ましくは0. 1~5重量部用いられる。通常は、

あらかじめ(E)有機オニウム化合物を極性化合物に溶解または分散させたものを使用するのが望ましい。

【0024】本発明の組成物には、従来加硫ゴムの製造に際して通常使用されるカーボンブラック、ファインシリカ、クレイ、タルクなどの補強剤、その他の充填剤、顔料、酸化防止剤、安定剤、加工助剤、内部離型剤などを添加してもよい。

【0025】本発明の組成物の製造に際しては、含フッ素弾性共重合体、有機過酸化物、架橋助剤、2価金属の水酸化物または酸化物、有機オニウム化合物、極性化合物および必要に応じてその他の添加剤を充分均一に混合することが望ましい。

【0026】かかる混合は、従来より通常使用されているゴム混練用ロール、ニーダーまたはバンバリーミキサー等によって行われる。混合時の作業条件は特に限定されないが、通常は30~80℃程度の温度で約10~60分間混練することにより、上記配合物を充分混合分散し得る。また、かかる配合物を適当に溶媒中に溶解分散し、懸濁溶液とすることもできる。なお、混合時の作業や操作は、使用原料および配合物の種類や目的に応じて最適条件を選定して行うのが望ましい。

【0027】本発明の組成物は、通常の金型成形の他、押し出し、トランスファー、ロールコート、はけ塗り、含浸等の連続成形加工法により、シート、パイプ、ロッド、チューブ、アングル、チャンネル、引布、塗布板のごとき成形物などに成形加工され得る。その他各種成形加工法によって異形品、特殊成形品例えばスポンジ状ラバーなどにも成形加工され得る。このように成形加工された本発明の組成物は、後述のごとき加硫手段によって加硫物にされ、加硫ゴム製品が得られる。

【0028】本発明において、加硫操作は従来より通常使用されている操作を採用し得る。例えば、成形型中で加圧しながら加熱する操作が採用され、また押し出し、カレンダーロールなどで成形した後、加熱炉中または蒸気釜中で加熱する操作が採用され得る。

【0029】加硫時の作業条件などは、使用原料や配合に応じて最適条件を選定して行うのが望ましい。加硫時の温度は、通常60~250℃程度、好ましくは120~200℃程度が採用される。また、加熱時間は特に限定されないが、有機過酸化物の種類に応じて1分~3時間の範囲であり、好ましくは5分~2時間の範囲内で選定される。加熱温度を高くすれば、加熱時間を短縮し得る。

【0030】なお、得られる加硫物の再加熱処理も採用でき、物理的性質の向上に効果がある。例えば、150~250℃、好ましくは180~230℃の温度で、2~25時間程度の再加熱処理が採用され得る。

【0031】

【作用】有機オニウム化合物の分散性を向上させるために極性化合物を配合した組成物は、有機過酸化物加硫に

より、ばらつきのない優れた加硫物性が得られる。また、本発明における有機オニウム化合物は、従来用いられる有機塩基に比べ、比較的少量の使用量で効果的に有機過酸化化物加硫が進行し、得られる加硫物の耐熱性及耐油性も良好となると推測される。

【0032】

【実施例】例1～8は実施例、例9～11は比較例である。

【0033】表1、表2に示す組成（重量部）に従い、各種の配合材料を2ロールで10分間混合して、目視で有機オニウム化合物が確認されない程度に充分均一に混合したゴム組成物を得た。それらを170℃で10分間プレス加硫した後、オープン中で230℃で24時間二 *

* 次加硫した。

【0034】JIS-K6301に従い、得られた加硫物の常態物性、耐熱性（230℃×70時間）および耐油性（オイル：トヨタキャスルクリーンSG、175℃×70時間）を測定した。結果を表3、表4（ M_{100} は100%モジュラス）に示す。

【0035】なお、表1、表2の各フッ素ゴムは乳化重合法により得たもので、それらの各単量体による重合単位含有割合（モル比）を表5に示す。また、表1、2における他の略号等を表6に示す。

【0036】

【表1】

	例1	例2	例3	例4	例5	例6	例7	例8
フッ素ゴム-1	100	100	100					
フッ素ゴム-2				100	100			
フッ素ゴム-3						100	100	100
MTカーボン	25	25	25	25	25	25	25	25
キョーワマグ150	3	3	3	3	3	3	3	3
TAIC	3	3	3	3	3	3	3	3
パーカドックス14	1	1	1	1	1	1	1	1
TBAHS	0.8		0.8			0.5		
TBAOH		1			1			
DBU				0.7				
TBAB							3	
TPBPC								3
カルビット	3	3	3	1.5		1.5		
水	1.5							
メタノール		1.5		1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
スルホラン			1					

【0037】

【表3】

【表2】

	例9	例10	例11
フッ素ゴム-1	100		
フッ素ゴム-2		100	
フッ素ゴム-3			100
MTカーボン	25	25	25
キョーワマグ150	3	3	3
TAIC	3	3	3
パーカドックス14	1	1	1
TBAHS	0.8	0.5	0.5
カルビット	3	1.5	1.5

【0038】

	例 1	例 2	例 3	例 4	例 5	例 6	例 7	例 8
硬さ (JIS-A)	75	74	75	70	75	76	73	74
M ₁₀₀ (kgf/cm ²)	72	72	71	60	74	82	62	59
引張強さ (kgf/cm ²)	218	207	200	200	205	190	170	165
伸び (%)	250	290	250	270	220	180	170	195
圧縮永久歪 (%)	21	27	21	25	20	31	38	37
耐熱性								
硬さ変化 (度)	2	1	2	1	1	1	2	3
引張強さ変化率 (%)	-2	-6	-3	-12	-9	-2	-12	-8
伸び変化率 (%)	4	-6	-1	-7	-5	-2	-5	-4
耐油性								
硬さ変化 (度)	-7	-5	-7	-3	-4	-1	-6	-8
引張強さ変化率 (%)	-10	-11	-10	-18	-18	-21	-29	-30
伸び変化率 (%)	0	-5	5	4	-10	-25	-30	-31
体積変化率 (%)	7	8	8	5	4	2	6	8

【0039】

【表 5】

【表 4】

	例 9	例10	例11
硬さ (JIS-A)	70	70	73
M ₁₀₀ (kgf/cm ²)	35	54	59
引張強さ (kgf/cm ²)	199	190	180
伸び (%)	310	270	190
圧縮永久歪 (%)	26	30	35
耐熱性			
硬さ変化 (度)	2	3	2
引張強さ変化率 (%)	-8	-1	-5
伸び変化率 (%)	7	6	-7
耐油性			
硬さ変化 (度)	-2	-1	-2
引張強さ変化率 (%)	-16	-22	-21
伸び変化率 (%)	4	11	14
体積変化率 (%)	9	7	-30

【0040】

フッ素ゴム-1	VdF/TFE/プロピレン= 4/52/44
フッ素ゴム-2	VdF/TFE/プロピレン= 35/40/25
フッ素ゴム-3	VdF/TFE/HFP = 60/15/25

【0041】

【表 6】

キョーワマグ150	酸化マグネシウム (協和化学工業製)
TAIC	トリアリルシアヌレート
パーカドックス14	α 、 α' -ビス (t-ブチルペルオキシ) -p-ジ イソプロピルベンゼン (日本油脂製)
TBAHS	硫酸水素テトラブチルアンモニウム
TBAOH	水酸化テトラブチルアンモニウム
DBU	1, 8-ジアザビシクロ [5. 4. 0] ウンデカ- 7-エンのp-トルエンスルホン酸塩
TBAB	テトラブチルアンモニウムプロミド
TPBPC	トリフェニルベンジルホスホニウムクロリド
カルビット	水酸化カルシウム (近江化学製)

【0042】

【発明の効果】本発明のフッ素ゴム組成物は、効率的な有機過酸化化物加硫が可能であり、しかも、ばらつきのない安定した加硫物性が得られる。さらに、種々の優れた加硫物性に基づき、自動車のラジエタ、エンジン回り *

*のO-リング、ガスケット、シール材、ダイヤフラム、チューブ、ホース等、食品プラントや化学プラント等の同様の部品等の広範囲の用途においてきわめて有用である。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 K 5/19	K J K		C 0 8 K 5/19	K J K
	K J M		5/49	K J M
C 0 8 L 27/12	K J J		C 0 8 L 27/12	K J J

(72) 発明者 斉藤 正幸

神奈川県川崎市幸区塚越3丁目474番地2

旭硝子株式会社玉川分室内

30



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **08295776 A**(43) Date of publication of application: **12.11.96**

(51) Int. Cl

C08L 27/16
C08K 3/22
C08K 5/05
C08K 5/14
C08K 5/16
C08K 5/19
C08K 5/49
C08L 27/12

(21) Application number: **07103951**(22) Date of filing: **27.04.95**(71) Applicant: **ASAHI GLASS CO LTD**

(72) Inventor: **MIWA TETSUYA**
NAKAMURA JUNICHI
KANEKO TAKEO
SAITO MASAYUKI

(54) FLUORORUBBER COMPOSITION**(57) Abstract:**

PURPOSE: To provide a fluororubber composition which can be vulcanized with an organic peroxide to give stable physical properties free from variation after vulcanization by blending a fluorinated elastic copolymer with several kinds of specified compounds.

CONSTITUTION: This composition consists of a fluorinated elastic copolymer of vinylidene fluoride with at least one kind of other ethylenically unsaturated monomer copolymerizable therewith; an organic peroxide; a crosslinking aid having at least two unsaturated bonds; a divalent metal hydroxide or oxide; an organic onium compound; and a polar compound (e.g. water or methanol). The onium compound preferably comprises an organic ammonium hydrogensulfate or sulfonate

represented by the formula, $R^1R^2R^3R^4N.SO_3R^5$

(wherein R^1 , R^2 and R^3 are each a 1-20C monovalent hydrocarbon group; R^4 is H or a 1-20C monovalent hydrocarbon group; and R^5 is hydroxyl or a 1-20C monovalent hydrocarbon group).

COPYRIGHT: (C)1996,JPO